



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets



⑪ Numéro de publication : **0 594 469 A1**

⑫

## DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑬ Numéro de dépôt : **93402041.3**

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup> : **C04B 30/02, C04B 14/06,**  
**C04B 28/26**

⑭ Date de dépôt : **11.08.93**

⑯ Priorité : **18.09.92 FR 9211133**

⑰ Date de publication de la demande :  
**27.04.94 Bulletin 94/17**

⑲ Etats contractants désignés :  
**BE DE ES FR IT NL**

⑳ Demandeur : **RHONE-POULENC CHIMIE**  
25, quai Paul Doumer  
F-92408 Courbevoie Cedex (FR)

㉑ Inventeur : **Ferrary, Pierre**  
36 Impasse de Grange Haute  
F-69540 Irigny (FR)  
Inventeur : **Haggiage, Johnny**  
2 rue Nicolas Berthet  
F-69110 Sainte Foy Les Lyon (FR)  
Inventeur : **Viot, Jean-Francois**  
4 Impasse Chantermerie  
F-69540 Irigny (FR)

㉒ Mandataire : **Dubruc, Philippe et al**  
RHONE-POULENC CHIMIE Direction de la  
Propriété Industrielle 25, Quai Paul Doumer  
F-92408 Courbevoie Cedex (FR)

㉓ Panneau d'isolation thermique et/ou acoustique et ses procédés d'obtention.

㉔ Panneau d'isolation thermique et/ou acoustique caractérisé en ce qu'il comprend un mélange séché :  
— de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et déité,  
— d'un agent de renforcement,  
— éventuellement, d'un agent opacifiant.  
Procédés d'obtention dudit panneau à partir d'un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice.

EP 0 594 469 A1

Jouve, 18, rue Saint-Denis, 75001 PARIS

La présente invention concerne des panneaux d'isolation thermique et/ou acoustique et leurs procédés d'obtention.

L'isolation thermique et l'insonorisation des murs et des plafonds sont essentielles dans le domaine de la construction des immeubles et des maisons d'habitation. Dans ce but, de nombreux matériaux sont utilisés.

Les matériaux les plus couramment employés sont les panneaux thermo-isolants et/ou insonorisants. Ces panneaux, généralement de forme carrée ou rectangulaire et d'épaisseur variable, sont constitués de différents composants. Ils comprennent généralement une charge sous forme finement divisée, de préférence très dispersée, ayant une faible conductivité thermique. On emploie habituellement comme charge du noir de carbone, du sulfate ou du carbonate de calcium, de la silice pyrogénique et/ou de la silice de précipitation sous forme de poudre.

Des panneaux thermo-isolants sont également utilisés pour l'isolation à haute température des enceintes thermiques, notamment les enceintes thermiques de type industriel (four, étuves par exemple), les fours ménagers à pyrolyse.

Un agent de renforcement, notamment une matière fibreuse, est traditionnellement incorporé à la charge afin d'améliorer la solidité du panneau et, dans certains cas, afin de réduire le retrait thermique à des températures élevées.

Notamment pour la fabrication de panneaux thermiquement isolants à haute température, un agent opacifiant, par exemple le dioxyde de titane, est également le plus souvent incorporé à la charge l'agent opacifiant réfléchit,吸 et disperse le rayonnement thermique et constitue ainsi une barrière infrarouge.

Le procédé habituel de préparation des panneaux consiste alors à mélanger la charge, éventuellement l'agent opacifiant, ces deux produits étant sous forme de poudre, et l'agent de renforcement, puis à introduire le mélange obtenu dans une enveloppe poreuse, qui est en général un sac ou un coussin en tissu de verre, et enfin à appliquer une pression à ladite enveloppe pour consolider la charge particulière et lier les particules entre elles et donc conférer au panneau final certaines propriétés physico-mécaniques.

Cependant, les panneaux dans lesquels la charge est constituée de noir de carbone, de sulfate de calcium ou de carbonate de calcium ont des propriétés d'isolation thermique et phonique et des propriétés physico-mécaniques insuffisantes.

De plus, si les panneaux fabriqués, selon le procédé décrit précédemment, à partir d'une charge constituée de silice sous forme de poudre présentent des performances élevées au niveau de l'isolation thermique et phonique, leurs propriétés physico-mécaniques, en particulier leur résistance physico-mécanique,

canique, ne sont pas aussi satisfaisantes : ces panneaux ont une solidité limitée ; ils sont friables et enclins aux craquelures. De plus, les phases de mélange des matières premières, notamment des poudres, de fabrication des sacs ou des coussins en tissu de verre et de compression sont des phases coûteuses et souvent peu aisées à mettre en oeuvre.

Le but de l'invention est donc de fournir un panneau thermo-isolant et/ou insonorisant et des procédés d'obtention dudit panneau ne présentant pas les inconvénients susmentionnés.

Ainsi, l'un des objets de l'invention est un panneau d'isolation thermique, à basse et haute température, et/ou acoustique, présentant de bonnes propriétés physico-mécaniques, notamment une résistance physico-mécanique améliorée, tout en conservant des performances convenables en isolation thermique et/ou phonique.

Un autre objet de l'invention consiste en des procédés permettant d'obtenir les panneaux améliorés selon l'invention, procédés qui, de plus, comprennent des étapes faciles à mettre en oeuvre, peu coûteuses et dans lesquels une étape de compression n'est pas nécessaire.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description et des exemples concrets mais non limitatifs qui vont suivre.

Le panneau d'isolation thermique et/ou acoustique selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend un mélange séché :

- de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délitée,
- d'au moins un agent de renforcement,
- éventuellement, d'au moins un agent opacifiant.

On entend par silice de précipitation toute silice obtenue par réaction d'un silicate avec un acide. Le mode de préparation de la silice peut être quelconque (notamment, addition d'acide sur un pied de cuve de silicate, addition simultanée totale ou partielle d'acide et de silicate sur un pied de cuve d'eau ou de solution de silicate).

Selon l'invention, la silice précipitée employée est constituée du gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délitée.

En d'autres termes, on réalise la précipitation de la silice, on obtient un gâteau de filtration qui est lavé si nécessaire. Ce gâteau est ensuite délité.

En général, on peut utiliser, dans le cadre de la présente invention, des silices de précipitation ayant une fois séchées une surface spécifique BET comprise entre 80 et 400 m<sup>2</sup>/g, de préférence entre 100 et 300 m<sup>2</sup>/g et une surface spécifique CTAB comprise entre 80 et 350 m<sup>2</sup>/g, de préférence entre 100 et 250 m<sup>2</sup>/g.

De préférence, les silices de précipitation em-

ployées sont relativement poreuses : elles présentent généralement une fois séchées un volume poreux total compris entre 1 et 5 cm<sup>3</sup>/g, de préférence entre 2 et 4 cm<sup>3</sup>/g.

Le gâteau de filtration présente habituellement un taux de matière sèche d'au moins 10 % en poids, de préférence compris entre 10 et 30 % en poids.

L'agent de renforcement contenu dans le panneau selon l'invention est de préférence constitué de fibres de renforcement, par exemple choisies dans le groupe formé par les fibres de silicate d'aluminium, les fibres d'alumine, les fibres de laine minérale, les fibres de verre, les fibres de quartz, les fibres céramiques, les fibres cellulaires.

Les fibres de verre constituent un agent de renforcement préféré dans le cadre de la présente invention.

Selon un mode de réalisation de l'invention, le panneau thermo-isolant et/ou insonorisant comprend un mélange séché :

- de silice de précipitation constitué par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délité, et
- d'au moins un agent de renforcement.

Ce panneau est plus particulièrement destiné à l'isolation thermique à basse température (par exemple entre 0 et 200°C), à l'isolation acoustique et, éventuellement, à une utilisation comme coupe-feu.

Ce panneau comprend, de préférence, 75 à 99 % en poids de silice sèche et 1 à 25 % en poids d'agent de renforcement, et, de manière encore plus préférée, 90 à 98,5 % en poids de silice sèche et 1,5 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

On entend par silice sèche la silice de précipitation, constituée par le gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délité, après séchage du mélange précité.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, le panneau thermo-isolant et/ou insonorisant comprend un mélange séché :

- de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délité,
- d'au moins un agent de renforcement, et
- d'au moins un agent opacifiant.

Ce panneau est plus particulièrement destiné à l'isolation thermique à haute température (par exemple jusqu'à au moins 750°C), même si son utilisation pour l'isolation acoustique est possible.

Ce panneau comprend alors généralement 45 à 90 % en poids de silice sèche, 9 à 50 % en poids d'agent opacifiant et 0,5 à 15 % en poids d'agent de renforcement, et, de préférence, 55 à 80 % en poids de silice sèche, 15 à 40 % en poids d'agent opacifiant et 1 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

Une composition avantageuse dudit panneau est la suivante :

- 65 à 75 % en poids de silice sèche,

- 20 à 30 % en poids d'agent opacifiant, et

- 1 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

L'agent opacifiant, qui constitue une barrière infrarouge, est généralement choisi dans le groupe formé par l'oxyde de chrome, l'oxyde de zirconium, l'oxyde de fer, le dioxyde de titane, le dioxyde de manganèse, la poudre de quartz, le carbure de silicium, le carbure de bore, le carbure de tantale, le noir de carbone, le graphite.

Le dioxyde de titane, notamment sous forme minérale (par exemple l'ilménite), constitue un agent opacifiant préféré dans le cadre de la présente invention.

Généralement dans le but d'optimiser la tenue mécanique et la cohésion du panneau thermo-isolant et/ou insonorisant selon l'invention, le mélange à sécher pour former ledit panneau peut également contenir de la silice de précipitation sous forme de poudre (en plus de la silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délité), ledit panneau comprenant alors

en général 0 à 12 %, de préférence 1 à 10 %, en poids de ladite silice de précipitation sous forme de poudre. Au-delà de 12 %, le panneau est généralement enclin aux craquelures.

Cette silice de précipitation sous forme de poudre présente généralement une surface spécifique BET comprise entre 80 et 400 m<sup>2</sup>/g, de préférence entre 100 et 300 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB comprise entre 80 et 350 m<sup>2</sup>/g, de préférence entre 100 et 250 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total compris entre 1 et 5 cm<sup>3</sup>/g, de préférence entre 2 et 4 cm<sup>3</sup>/g.

Le panneau selon l'invention peut comprendre un mélange séché des constituants mentionnés précédemment (éventuellement au moins un agent opacifiant et/ou de la silice de précipitation sous forme de poudre) et, notamment dans le but d'améliorer la cohésion dudit panneau dans toutes ses conditions d'utilisation, d'une solution aqueuse de silicate de sodium à une teneur comprise en général entre 0 et 5 %, de préférence entre 0,5 et 3 %, calculée en poids de silicate sec par rapport au poids du panneau.

La solution de silicate de sodium éventuellement utilisée présente habituellement un taux de matière sèche compris entre 15 et 60 % en poids, par exemple entre 25 et 45 % en poids.

Les panneaux selon l'invention peuvent se présenter sous différentes formes ; en général, ils ont une configuration carrée ou, de préférence, rectangulaire, ainsi qu'une épaisseur variable.

Conformément à l'invention, les procédés d'obtention des panneaux décrits précédemment sont notamment caractérisés en ce qu'ils utilisent comme matière première un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice, une telle utilisation constituant également l'un des objets de l'invention.

L'agent de renforcement peut être ajouté au gâteau de filtration avant le délitage, lors du délitage

ou/et après le délitage. Il en est de même de l'agent opacifiant (dans le cas où l'on désire que le panneau final en contienne), que l'on peut ne pas ajouter au même stade que l'agent de renforcement.

Un premier mode de réalisation du procédé d'obtention d'un panneau selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite, en présence d'au moins un agent de renforcement et éventuellement d'au moins un agent opacifiant (donc en présence également de ce dernier quand on désire que le panneau final en contienne), un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice l'agent de renforcement peut ainsi être ajouté au gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage ; il en est de même de l'éventuel agent opacifiant ;
- 2) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) dans un moule ;
- 3) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule ;
- 4) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 3).

Un deuxième mode de réalisation du procédé d'obtention d'un panneau selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice ;
- 2) on malaxe la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) avec au moins un agent de renforcement et éventuellement au moins un agent opacifiant (donc avec également ce dernier quand on désire que le panneau final en contienne) ;
- 3) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 2) dans un moule ;
- 4) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule ;
- 5) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 4).

Un autre mode de réalisation du procédé d'obtention d'un panneau selon l'invention est caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite, en présence d'au moins un agent de renforcement (respectivement au moins un agent opacifiant), un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice ; ledit agent de renforcement (respectivement ledit agent opacifiant) peut ainsi être ajouté au gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage ;
- 2) on malaxe la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) avec au moins un agent opacifiant (respectivement au moins un agent de renforcement) ;
- 3) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 2) dans un moule ;
- 4) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule ;
- 5) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 4).

Lorsqu'elles sont utilisées, la silice de précipitation sous forme de poudre et/ou la solution aqueuse de silicate de sodium sont ajoutées lors d'une des étapes précédant l'étape d'introduction de la bouillie

dans le moule.

Le séchage, qui présente le plus souvent un caractère essentiel, s'effectue avantageusement par paliers de température. La vitesse de séchage doit être de préférence assez lente afin, notamment, de ne pas provoquer de craquelure, ce qui pourrait entraîner une altération sensible des propriétés d'isolation du panneau final.

Ainsi, l'étape de séchage s'effectue préférentiellement par paliers de température successifs.

L'étape de séchage peut notamment être réalisée par les paliers de température successifs suivants :

a) un premier palier compris entre 30 et 80°C, de préférence entre 35 et 65°C, notamment entre 40 et 60°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence 1 à 13 heures ;

b) un deuxième palier compris entre 90 et 200°C, de préférence entre 100 et 140°C, notamment entre 110 et 130°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence 1 à 13 heures ;

c) éventuellement, un troisième palier compris entre 450 et 850°C, de préférence entre 600 et 800°C, pendant 2 à 140 minutes, de préférence 5 à 130 minutes, par exemple 5 à 20 minutes.

L'étape de séchage peut également être réalisée par les paliers de température successifs suivants :

a) un premier palier compris entre 30 et 60°C, de préférence entre 40 et 55°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence 1 à 13 heures ;

b) un deuxième palier compris entre 60 et 80°C, de préférence entre 65 et 75°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence 1 à 13 heures ;

c) un troisième palier compris entre 90 et 115°C, de préférence entre 95 et 105°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence 1 à 13 heures ;

d) un quatrième palier compris entre 115 et 200°C, de préférence entre 120 et 140°C, pendant 0,5 à 15 heures, de préférence entre 1 à 13 heures ;

e) éventuellement, un cinquième palier compris entre 450 et 850°C, de préférence entre 600 et 800°C, pendant 2 à 140 minutes, de préférence 5 à 130 minutes, notamment 5 à 20 minutes.

De préférence, l'étape de séchage comprend le dernier palier entre 450 et 850°C, car il permet notamment de limiter encore plus la reprise en eau du panneau final.

En général, préalablement à l'étape de séchage, le moule contenant la bouillie est soumis à des vibrations.

La forme et l'épaisseur du moule dépendent de celles souhaitées pour le panneau que l'on veut obtenir ; le moule présente habituellement une configuration carrée ou, de préférence, rectangulaire.

Le moulage peut être effectué en continu ou en discontinu.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée.

**EXEMPLE 1 Préparation d'un panneau selon l'invention**

On délite un gâteau de filtration, ayant un taux de matière sèche de 21 % en poids, issu de la réaction de précipitation d'une silice, cette silice présentant une surface spécifique BET de 170 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 160 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,5 cm<sup>3</sup>/g.

On malaxe ensuite 1,5 kg dudit gâteau délité avec 7 g de fibres de verre (de 14 mm de long).

On introduit la bouillie obtenue après malaxage dans un moule parallélépipédique de dimensions 100 x 70 x 10 (mm).

Puis on séche la bouillie contenue dans le moule selon les paliers de température successifs suivants :

- à 50°C pendant 2,5 heures,
- à 70°C pendant 12 heures,
- à 100°C pendant 12 heures,
- à 130°C pendant 2 heures,
- à 750°C pendant 2 heures.

On démoule enfin le panneau obtenu à l'issue du séchage.

Ce panneau contient 98 % en poids de silice sèche et 2 % en poids de fibres de verre. Sa densité est de 0,325.

**EXEMPLE 2 Préparation d'un panneau selon l'invention**

On délite un gâteau de filtration, ayant un taux de matière sèche de 23 % en poids, issu de la réaction de précipitation d'une silice, cette silice présentant une surface spécifique BET de 180 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 170 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,4 cm<sup>3</sup>/g.

On malaxe ensuite 1 kg dudit gâteau délité avec 60 g de minéral de dioxyde de titane (ilménite) et 14 g de fibres de verre (de 14 mm de long).

On introduit la bouillie obtenue après malaxage dans un moule parallélépipédique de dimensions 100 x 70 x 10 (mm).

Puis on séche la bouillie contenue dans le moule selon les paliers de température successifs suivants :

- à 50°C pendant 2,5 heures,
- à 70°C pendant 12 heures,
- à 100°C pendant 12 heures,
- à 130°C pendant 2 heures,
- à 750°C pendant 2 heures.

On démoule enfin le panneau obtenu à l'issue du séchage.

Ce panneau contient 75 % en poids de silice sèche, 20 % en poids de dioxyde de titane et 5 % en poids de fibres de verre. Sa densité est de 0,450.

**EXEMPLE 3 Préparation d'un panneau selon l'invention**

On délite un gâteau de filtration, ayant un taux de matière sèche de 21 % en poids, issu de la réaction de précipitation d'une silice, cette silice présentant une surface spécifique BET de 170 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 160 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,5 cm<sup>3</sup>/g.

On malaxe ensuite 2 kg dudit gâteau délité avec 136 g de minéral de dioxyde de titane (ilménite) et 12 g de fibres de verre (de 14 mm de long).

On introduit la bouillie obtenue après malaxage dans un moule parallélépipédique de dimensions 100 x 70 x 10 (mm).

Puis on séche la bouillie contenue dans le moule selon les paliers de température successifs suivants :

- à 50°C pendant 2,5 heures,
- à 70°C pendant 12 heures,
- à 100°C pendant 12 heures,
- à 130°C pendant 2 heures,
- à 750°C pendant 2 heures.

On démoule enfin le panneau obtenu à l'issue du séchage.

Ce panneau contient 74 % en poids de silice sèche, 24 % en poids de dioxyde de titane et 2 % en poids de fibres de verre. Sa densité est de 0,445.

**EXEMPLE 4 Préparation d'un panneau selon l'invention**

On délite un gâteau de filtration, ayant un taux de matière sèche de 21 % en poids, issu de la réaction de précipitation d'une silice, cette silice présentant une surface spécifique BET de 170 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 160 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,5 cm<sup>3</sup>/g.

On malaxe ensuite 2 kg dudit gâteau délité avec 107 g de minéral de dioxyde de titane (ilménite), 30 g de fibres de verre (de 14 mm de long) et 52 g de silice de précipitation sous forme de poudre ; ladite silice présente une surface spécifique BET de 180 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 170 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,4 cm<sup>3</sup>/g.

On introduit la bouillie obtenue après malaxage dans un moule parallélépipédique de dimensions 100 x 70 x 10 (mm).

Puis on séche la bouillie contenue dans le moule selon les paliers de température successifs suivants :

- à 50°C pendant 2,5 heures,
- à 70°C pendant 12 heures,
- à 100°C pendant 12 heures,
- à 130°C pendant 2 heures,
- à 750°C pendant 2 heures.

On démoule enfin le panneau obtenu à l'issue du séchage.

Ce panneau contient 69 % en poids de silice sèche (ex-gâteau), 17,5 % en poids de dioxyde de tita-

ne, 8,5 % en poids de silice (ex-poudre) et 5 % en poids de fibres de verre. Sa densité est de 0,470.

**EXEMPLE 5** Préparation d'un panneau selon l'invention

On délite un gâteau de filtration, ayant un taux de matière sèche de 21 % en poids, issu de la réaction de précipitation d'une silice, cette silice présentant une surface spécifique BET de 170 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 160 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,5 cm<sup>3</sup>/g.

On malaxe ensuite 2 kg dudit gâteau délité avec 105 g de minerai de dioxyde de titane (ilménite), 31 g de fibres de verre (de 14 mm de long), 53 g de silice de précipitation sous forme de poudre (ladite silice présentant une surface spécifique BET de 180 m<sup>2</sup>/g, une surface spécifique CTAB de 170 m<sup>2</sup>/g et un volume poreux total de 2,4 cm<sup>3</sup>/g) et 26 g d'une solution aqueuse de silicate de sodium ayant un taux de matière sèche de 35 % en poids.

On introduit la bouillie obtenue après malaxage dans un moule parallélépipédique de dimensions 100 x 70 x 10 (mm).

Puis on sèche la bouillie contenue dans le moule selon les paliers de température successifs suivants :

- à 50°C pendant 2,5 heures,
- à 70°C pendant 12 heures,
- à 100°C pendant 12 heures,
- à 130°C pendant 2 heures,
- à 750°C pendant 2 heures.

On démoule enfin le panneau obtenu à l'issue du séchage.

Ce panneau contient 68 % en poids de silice sèche (ex-gâteau), 17 % en poids de dioxyde de titane, 8,5 % en poids de silice (ex-poudre), 5 % en poids de fibres de verre et 1,5 % en poids de silicate de sodium sec. Sa densité est de 0,470.

**Revendications**

**1- Panneau d'isolation thermique et/ou acoustique caractérisé en ce qu'il comprend un mélange séché :**

- de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délité, et
- d'au moins un agent de renforcement.

**2- Panneau selon la revendication 1 caractérisé en ce que ladite silice de précipitation présente, une fois séchée, une surface spécifique BET comprise entre 80 et 400 m<sup>2</sup>/g.**

**3- Panneau selon l'une des revendications 1 et 2 caractérisé en ce que ladite silice de précipitation présente, une fois séchée, une surface spécifique CTAB comprise entre 80 et 350 m<sup>2</sup>/g.**

**4- Panneau selon l'une des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que ladite silice de précipitation présente, une fois séchée, un volume poreux total compris entre 1 et 5 cm<sup>3</sup>/g.**

caractérisé en ce que ladite silice de précipitation présente, une fois séchée, un volume poreux total compris entre 1 et 5 cm<sup>3</sup>/g.

**5- Panneau selon l'une des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que ledit gâteau de filtration présente un taux de matière sèche d'au moins 10 % en poids.**

**6- Panneau selon la revendication 5 caractérisé en ce que ledit gâteau de filtration présente un taux de matière sèche compris entre 10 et 30 % en poids.**

**10- Panneau selon l'une des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que l'agent de renforcement est constitué de fibres de renforcement.**

**15- Panneau selon la revendication 7 caractérisé en ce que l'agent de renforcement est constitué de fibres de renforcement choisies dans le groupe formé par les fibres de silicate d'aluminium, les fibres d'alumine, les fibres de laine minérale, les fibres de verre, les fibres de quartz, les fibres céramiques, les fibres cellulosiques.**

**20- Panneau selon la revendication 7 caractérisé en ce que l'agent de renforcement est constitué de fibres de verre.**

**10- Panneau selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisé en ce qu'il comprend :**

- 75 à 99 % en poids de silice sèche, et
- 1 à 25 % en poids d'agent de renforcement.

**11- Panneau selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisé en ce qu'il comprend :**

- 90 à 98,5 % en poids de silice sèche, et
- 1,5 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

**12- Panneau selon l'une des revendications 1 à 9 caractérisé en ce que ledit mélange comprend en outre au moins un agent opacifiant.**

**13- Panneau selon la revendication 12 caractérisé en ce que l'agent opacifiant est choisi dans le groupe formé par l'oxyde de chrome, l'oxyde de zirconium, l'oxyde de fer, le dioxyde de titane, le dioxyde de manganèse, l'ilménite, la poudre de quartz, le carbure de silicium, le carbure de bore, le carbure de tantalum, le noir de carbone, le graphite.**

**14- Panneau selon la revendication 12 caractérisé en ce que l'agent opacifiant est le dioxyde de titane.**

**15- Panneau selon l'une des revendications 12 à 14 caractérisé en ce qu'il comprend :**

- 45 à 90 % en poids de silice sèche,
- 9 à 50 % en poids d'agent opacifiant, et
- 0,5 à 15 % en poids d'agent de renforcement.

**16- Panneau selon l'une des revendications 12 à 14 caractérisé en ce qu'il comprend :**

- 55 à 80 % en poids de silice sèche,
- 15 à 40 % en poids d'agent opacifiant, et
- 1 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

**17- Panneau selon l'une des revendications 12 à 14 caractérisé en ce qu'il comprend :**

- 65 à 75 % en poids de silice sèche,
- 20 à 30 % en poids d'agent opacifiant, et
- 1 à 10 % en poids d'agent de renforcement.

18- Panneau selon l'une des revendications 1 à 10 et 12 à 17 caractérisé en ce qu'il comprend un mélange séché :

- de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délitée,
- d'au moins un agent de renforcement,
- éventuellement d'au moins un agent opacifiant, et
- de silice de précipitation sous forme de poudre, ladite silice de précipitation sous forme de poudre étant présente dans ledit panneau à une teneur comprise entre 0 et 12 % en poids.

19- Panneau selon l'une des revendications 1 à 10, 12 à 16 et 18 caractérisé en ce qu'il comprend un mélange séché :

- de silice de précipitation constituée par un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation et délitée,
  - d'au moins un agent de renforcement,
  - éventuellement d'au moins un agent opacifiant,
  - éventuellement de silice de précipitation sous forme de poudre, et
  - de silicate de sodium liquide,
- ladite silice de précipitation sous forme de poudre étant présente dans ledit panneau à une teneur comprise entre 0 et 12 % en poids, ledit panneau ayant une teneur en silicate de sodium sec comprise entre 0 et 5 % en poids.

20- Procédé d'obtention d'un panneau selon l'une des revendications 1 à 17 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite, en présence d'au moins un agent de renforcement et éventuellement d'au moins un agent opacifiant, un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice,
- 2) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) dans un moule,
- 3) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule,
- 4) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 3).

21- Procédé selon la revendication 20 caractérisé en ce que ledit agent de renforcement est ajouté audit gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage et en ce que, éventuellement, ledit agent opacifiant est ajouté audit gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage.

22- Procédé d'obtention d'un panneau selon l'une des revendications 1 à 17 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice,
- 2) on malaxe la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) avec au moins un agent de renforcement et éventuellement au moins un agent opacifiant,
- 3) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 2) dans un moule,

4) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule,

5) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 4).

23- Procédé d'obtention d'un panneau selon l'une des revendications 12 à 17 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite, en présence d'au moins un agent de renforcement, un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice,
- 2) on malaxe la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) avec au moins un agent opacifiant,
- 3) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 2) dans un moule,
- 4) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule,
- 5) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 4).

24- Procédé selon la revendication 23 caractérisé en ce que ledit agent de renforcement est ajouté audit gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage.

25- Procédé d'obtention d'un panneau selon l'une des revendications 12 à 17 caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :

- 1) on délite, en présence d'au moins un agent opacifiant, un gâteau de filtration issu de la réaction de précipitation d'une silice,
- 2) on malaxe la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 1) avec au moins un agent de renforcement,
- 3) on introduit la bouillie obtenue à l'issue de l'étape 2) dans un moule,
- 4) on sèche la bouillie contenue dans ledit moule,
- 5) éventuellement, on démoule le panneau obtenu à l'issue de l'étape 4).

26- Procédé selon la revendication 25 caractérisé en ce que ledit agent opacifiant est ajouté au gâteau de filtration avant le délitage ou lors du délitage.

27- Procédé d'obtention d'un panneau selon l'une des revendications 18 et 19 caractérisé en ce que de la silice de précipitation sous forme de poudre et/ou une solution aqueuse de silicate de sodium sont ajoutées lors d'une des étapes précédant l'étape d'introduction de la bouillie dans le moule.

28- Procédé selon l'une des revendications 20 à 27 caractérisé en ce que l'étape de séchage s'effectue par paliers de température.

29- Procédé selon la revendication 28 caractérisé en ce que les paliers de température successifs de l'étape de séchage sont les suivants :

- a) un premier palier compris entre 30 et 80°C, pendant 0,5 à 15 heures,
- b) un deuxième palier compris entre 90 et 200°C, pendant 0,5 à 15 heures,
- c) éventuellement, un troisième palier compris entre 450 et 850°C, pendant 2 à 140 minutes.

30- Procédé selon la revendication 28 caractérisé en ce que les paliers de température successifs de l'étape de séchage sont les suivants :

- a) un premier palier compris entre 30 et 60°C,

pendant 0,5 à 15 heures,  
b) un deuxième palier compris entre 60 et 80°C,  
pendant 0,5 à 15 heures,  
c) un troisième palier compris entre 90 et 115°C,  
pendant 0,5 à 15 heures,  
d) un quatrième palier compris entre 115 et  
200°C, pendant 0,5 à 15 heures,  
e) éventuellement, un cinquième palier compris  
entre 450 et 850°C, pendant 2 à 140 minutes.

5

31- Procédé selon l'une des revendications 20 à  
30 caractérisé en ce que, préalablement à l'étape de  
séchage, le moule contenant la bouillie est soumis à  
des vibrations.

10

32- Procédé selon l'une des revendications 20 à  
31 caractérisé en ce que le moule présente une config-  
uration carrée ou rectangulaire.

15

33- Utilisation d'un panneau selon l'une des re-  
vendications 1 à 11, 18 et 19 comme coupe-feu.

34- Utilisation d'un gâteau de filtration issu de la  
réaction de précipitation d'une silice comme matière  
première pour l'obtention d'un panneau d'isolation  
thermique et/ou acoustique.

20

25

30

35

40

45

50

55



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 93 40 2041

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL5)		
Catégorie	Citation du document, avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL5)		
E	GB-A-2 256 192 (MICROPORE INT. LTD) * Abrégé; revendications 1-7: page 1, alinéa 3 - page 2, alinéa 1; page 3, alinéa 1 - alinéa 5 *	1,2,5- 18,20- 27,31- 34	C 04 B 30/02 C 04 B 14/06 C 04 B 28/26		
X	EP-A-0 205 155 (WACKER-CHEMIE GMBH) * Abrégé; revendication 1; page 1, ligne 22 - page 2, ligne 28; page 3, ligne 23 - page 4, ligne 27; exemple 1 *	1,2,7- 19,34			
Y	---	3,20-24 ,27,28, 31-33 29			
A	---	3			
Y	EP-A-0 280 623 (RHÔNE-POULENC CHIMIE) * Abrégé; revendications 1-4,9; page 2, ligne 63 - page 3, ligne 9 *	4			
A	---	20-24, 27	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL5)		
Y	EP-A-0 027 633 (GRÜNZWEIG + HARTMANN UND GLASFASEER AG) * Abrégé; revendications 1,2,4-7,9; page 3, ligne 25 - page 5, ligne 3; page 9, ligne 8 - page 10, ligne 2 *	19	C 04 B		
A	---	-/-			
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications					
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur			
LA HAYE	04-01-1993	OLSSON-NORGREN S A			
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS					
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention				
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date				
A : arrrière-plan technologique	D : cité dans la demande				
O : divulgation non-écrite	L : cité pour d'autres raisons				
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant				



Office européen  
des brevets

## RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande

EP 93 40 2041

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS															
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL5)												
Y	EP-A-0 168 717 (INTERATOM GMBH) * Colonne 1, ligne 1 - ligne 13; colonne 2, ligne 15 - ligne 51; revendications 1,3-5 *	28, 31- 33													
A	EP-A-0 168 717 ---	34													
X	EP-A-0 190 582 (GENERAL ELECTRIC CO.) * Abrégé; revendication 1; colonne 2, ligne 37 - ligne 53; exemple 1 *	34													
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL5)												
<p>Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 33%;">Lieu de la recherche</td> <td style="width: 33%;">Date d'achèvement de la recherche</td> <td style="width: 34%;">Examinateur</td> </tr> <tr> <td>LA HAYE</td> <td>04-01-1993</td> <td>OLSSON-NORGREN S A</td> </tr> <tr> <td colspan="3"> <b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b>             X : particulièrement pertinent à lui seul                       Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie                       A : arrière-plan technologique                       O : divulgation non-écrite                       P : document intercalaire         </td> </tr> <tr> <td colspan="3">           T : théorie ou principe à la base de l'invention                       E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date                       D : cité dans la demande                       L : cité pour d'autres raisons                       .....            &amp; : membre de la même famille, document correspondant         </td> </tr> </table>				Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	LA HAYE	04-01-1993	OLSSON-NORGREN S A	<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b> X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant		
Lieu de la recherche	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur													
LA HAYE	04-01-1993	OLSSON-NORGREN S A													
<b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b> X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire															
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons ..... & : membre de la même famille, document correspondant															